
**Air des lieux de travail — Détermination
du chrome hexavalent dans les particules
en suspension dans l'air — Méthode par
chromatographie ionique et détection
spectrophotométrique avec diphenyl
carbazine**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Workplace air — Determination of hexavalent chromium in airborne
particulate matter — Method by ion chromatography and
spectrophotometric measurement using diphenyl carbazine*

[ISO 16740:2005](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16740:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005>

© ISO 2005

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
3.1 Définitions générales	2
3.2 Définitions relatives à la fraction granulométrique des particules	3
3.3 Définitions relatives à l'échantillonnage	4
3.4 Définitions relatives à l'analyse	4
3.5 Termes statistiques	5
4 Principe	7
5 Réactions	7
6 Exigences	7
7 Réactifs	7
8 Appareillage	10
8.1 Appareillage d'échantillonnage	10
8.2 Appareillage de laboratoire	12
9 Évaluation de l'exposition professionnelle	16
9.1 Généralités	16
9.2 Échantillonnage individuel	16
9.3 Échantillonnage à point fixe	17
9.4 Sélection des conditions de mesurage et du mode de mesurage	17
10 Méthode d'échantillonnage	18
10.1 Considérations préalables	18
10.2 Préparation du matériel d'échantillonnage	19
10.3 Point d'échantillonnage	20
10.4 Prélèvement des échantillons	21
10.5 Transport	21
11 Analyse	22
11.1 Exigences analytiques	22
11.2 Préparation des solutions en vue de la détermination des composés solubles de chrome hexavalent	23
11.3 Préparation des solutions en vue de la détermination des composés insolubles de chrome hexavalent	25
11.4 Analyse instrumentale	27
11.5 Estimation des limites de détection et de quantification	28
11.6 Maîtrise de la qualité	29
11.7 Incertitude de mesure	30
12 Expression des résultats	30
13 Performances de la méthode	31
13.1 Prélèvement et conservation de l'échantillon	31
13.2 Extraction sur plaque chauffante	31
13.3 Extraction aux ultrasons	31
13.4 Interférences	31
14 Cas particuliers	32

14.1	Peinture au pistolet	32
14.2	Mesures à prendre lorsque les particules se sont détachées du filtre durant le transport	32
15	Rapport d'essai et rapport de laboratoire	32
15.1	Rapport d'essai	32
15.2	Rapport de laboratoire	33
Annexe A (informative)	Correction de la température et de la pression	34
Annexe B (informative)	Informations de base sur les méthodes de détermination du chrome hexavalent dans l'air et conseils concernant leur utilisation	36
Bibliographie		40

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16740:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 16740 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 2, *Atmosphères des lieux de travail*. (standards.iteh.ai)

ISO 16740:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005>

Introduction

Dans de nombreuses industries, la santé des travailleurs est exposée à des risques liés à l'inhalation de chrome hexavalent. Les hygiénistes industriels et autres professionnels de santé publique ont besoin de déterminer l'efficacité des mesures prises pour contrôler l'exposition des travailleurs, généralement par le biais de mesurages dans l'air du lieu de travail. La présente Norme internationale vise à fournir une méthode permettant d'effectuer des mesurages d'exposition valides pour les composés de chrome hexavalent utilisés dans l'industrie. Elle s'adresse aux utilisateurs suivants: les agences concernées par l'hygiène et la sécurité du travail, les hygiénistes industriels et les autres professionnels de santé publique, les laboratoires d'analyse, les industriels utilisateurs de chrome hexavalent et leurs employés.

Lors de l'élaboration de la présente Norme internationale, il a été supposé que les personnes chargées de l'exécution de ses dispositions et de l'interprétation des résultats obtenus ont les qualifications et l'expérience appropriées.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 16740:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005>

Air des lieux de travail — Détermination du chrome hexavalent dans les particules en suspension dans l'air — Méthode par chromatographie ionique et détection spectrophotométrique avec diphényl carbazide

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la concentration en masse pondérée en temps du chrome hexavalent dans l'air des lieux de travail.

Plusieurs méthodes de préparation des échantillons sont spécifiées pour l'extraction du chrome hexavalent soluble et insoluble. La méthode utilisée pour le chrome hexavalent insoluble peut également être employée pour préparer les échantillons en vue de la détermination du chrome hexavalent total, le cas échéant.

La présente Norme internationale s'applique à l'échantillonnage individuel de la fraction inhalable des particules en suspension dans l'air, telle que définie dans l'ISO 7708 ainsi qu'à l'échantillonnage à point fixe. Cette méthode d'analyse s'applique pour la détermination des concentrations en masse comprises entre 0,01 µg et 10 µg de chrome hexavalent par échantillon, sans dilution préalable.

La gamme de concentrations de chrome hexavalent dans l'air pour laquelle cette méthode de mesurage s'applique est déterminée par la méthode d'échantillonnage choisie par l'utilisateur (voir 10.1). Pour un échantillon d'air de 1 m³, sans dilution de l'échantillon, le domaine de travail est compris entre 0,01 µg·m⁻³ et 10 µg·m⁻³.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

ISO 3585, *Verre borosilicaté 3.3 — Propriétés*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 7708:1995, *Qualité de l'air — Définitions des fractions de taille des particules pour l'échantillonnage lié aux problèmes de santé*

ISO 8655-1, *Appareils volumétriques à piston — Partie 1: Définitions, exigences générales et recommandations pour l'utilisateur*

ISO 8655-2, *Appareils volumétriques à piston — Partie 2: Pipettes à piston*

ISO 8655-5, *Appareils volumétriques à piston — Partie 5: Dispenseurs*

ISO 8655-6, *Appareils volumétriques à piston — Partie 6: Méthodes gravimétriques pour la détermination de l'erreur de mesure*

EN 13205, *Atmosphères des lieux de travail — Évaluation des performances des instruments de mesurage des concentrations d'aérosol*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 Définitions générales

3.1.1

agent chimique

tout élément ou composé chimique, seul ou mélangé, tel qu'il se présente à l'état naturel ou qu'il résulte d'une activité professionnelle, qu'il soit ou non produit intentionnellement et qu'il soit ou non commercialisé

[EN 1540 ^[1]]

3.1.2

zone respiratoire

⟨définition générale⟩ volume autour de la face du travailleur dans lequel il respire

3.1.3

zone respiratoire

⟨définition technique⟩ hémisphère (généralement de rayon 0,3 m) s'étendant devant la face de la personne, centrée sur le milieu du segment qui joint les oreilles et dont la base est le plan passant par ce segment, le sommet de la tête et le larynx.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standard.it/it/en)

ISO 16740:2005

NOTE 1 Cette définition n'est pas applicable lorsqu'un équipement de protection respiratoire est utilisé.

NOTE 2 Adapté de l'EN 1540 ^[1].

3.1.4

exposition

⟨par inhalation⟩ situation dans laquelle un agent chimique est présent dans l'air inhalé par une personne

3.1.5

procédure de mesurage

mode opératoire pour l'échantillonnage et l'analyse d'un ou de plusieurs agents chimiques présents dans l'air, et qui comprend le stockage et le transport de l'échantillon

3.1.6

autonomie de fonctionnement

durée pendant laquelle une pompe d'échantillonnage peut fonctionner, à un débit et à une perte de charge spécifiés, sans recharge ou remplacement des accumulateurs

[EN 1232 ^[2]]

3.1.7

concentration moyenne pondérée en temps

concentration d'un agent chimique dans l'atmosphère, en moyenne sur la période de référence

NOTE Une discussion plus détaillée sur les concentrations moyennes pondérées en temps et leur utilisation apparaît dans la Référence [3].

3.1.8**valeur limite**

chiffre de référence pour la concentration d'un agent chimique dans l'air

NOTE Un exemple de valeur limite: la Threshold Limit Value® (TLV) pour une substance donnée dans l'air des lieux de travail, telle qu'établie par l'American Conference of Government Industrial Hygienists (ACGIH) [3].

3.1.9**période de référence**

période de temps spécifiée pour la valeur limite d'un agent chimique donné

NOTE Ces périodes de référence peuvent être exprimées en terme d'expositions de courte durée ou de longue durée, telles qu'établies par l'ACGIH [3].

3.1.10**lieu de travail**

emplacement(s) défini(s) dans lequel (lesquels) les activités du travail sont effectuées

[EN 1540 [1]]

3.2 Définitions relatives à la fraction granulométrique des particules**3.2.1****convention inhalable**

spécification cible pour les instruments d'échantillonnage lorsque la fraction inhalable est la fraction intéressante

[ISO 7708]

3.2.2**fraction inhalable**

fraction massique des particules totales en suspension dans l'air inhalées par le nez et par la bouche

NOTE La fraction inhalable dépend de la vitesse et de la direction de l'air, de la fréquence respiratoire et d'autres facteurs.

[ISO 7708]

3.2.3**convention alvéolaire**

spécification cible pour les instruments d'échantillonnage lorsque la fraction alvéolaire est la fraction intéressante

[ISO 7708]

3.2.4**fraction alvéolaire**

fraction massique des particules inhalées qui pénètrent dans les voies aériennes non ciliées

[ISO 7708]

3.2.5**particules totales en suspension dans l'air**

toutes les particules en suspension dans un volume donné d'air

NOTE Il est souvent impossible de mesurer la concentration des particules totales en suspension dans l'air parce que tous les instruments de mesure font en générale une sélection selon la taille des particules.

[ISO 7708]

3.3 Définitions relatives à l'échantillonnage

3.3.1

échantillonneur individuel

appareil fixé sur une personne qui échantillonne l'air dans sa zone respiratoire

[EN 1540 ^[1]]

3.3.2

échantillonnage individuel

processus d'échantillonnage de l'air exécuté en utilisant un échantillonneur individuel

[EN 1540 ^[1]]

3.3.3

échantillonneur

appareil utilisé pour prélever les particules en suspension dans l'air

NOTE Les instruments utilisés pour prélever les particules en suspension dans l'air sont, par exemple, les têtes d'échantillonnage, les porte-filtre, les cassettes porte-filtre, etc.

3.3.4

échantillonnage à point fixe

processus d'échantillonnage de l'air exécuté en utilisant un échantillonneur à point fixe

3.3.5

échantillonneur à point fixe

appareil qui prélève l'air, sans être fixé sur une personne, utilisé pour l'échantillonnage à point fixe

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.4 Définitions relatives à l'analyse

ISO 16740:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005>

3.4.1

solution de blanc

solution préparée à partir d'un blanc de réactifs, d'un blanc de laboratoire ou d'un témoin en utilisant la même méthode que pour la mise en solution de l'échantillon

3.4.2

solution de blanc d'étalonnage

solution d'étalonnage préparée sans addition d'aucune solution étalon intermédiaire

NOTE La concentration d'analyte(s) étudié(s) dans la solution de blanc d'étalonnage est considérée comme nulle.

3.4.3

solution d'étalonnage

solution obtenue par dilution de la solution étalon intermédiaire, contenant l' (les) analyte(s) étudié(s) à une concentration qui est appropriée à l'étalonnage de l'instrument d'analyse

3.4.4

témoin

filtre qui a été manipulé comme l'échantillon mais qui n'a pas été utilisé pour l'échantillonnage, c'est-à-dire qu'il a été placé dans un dispositif d'échantillonnage, transporté jusqu'au site d'échantillonnage puis renvoyé au laboratoire pour analyse

3.4.5

blanc de laboratoire

filtre vierge, pris dans le lot de filtres utilisés pour l'échantillonnage, mais ne quittant pas le laboratoire

3.4.6**gamme dynamique linéaire**

gamme de concentrations sur laquelle la courbe d'étalonnage d'un analyte est linéaire

NOTE La gamme dynamique linéaire est comprise entre la limite de détection et le début de courbure de l'étalonnage.

3.4.7**blanc de réactifs**

tous les réactifs utilisés pendant la mise en solution de l'échantillon, en quantités équivalentes à celles utilisées pour la préparation du blanc de laboratoire, du témoin et des solutions d'échantillon

3.4.8**mise en solution des échantillons**

processus permettant d'obtenir une solution contenant les analytes étudiés à partir d'un échantillon. Ce processus peut ou non impliquer la mise en solution complète de l'échantillon

3.4.9**préparation des échantillons**

toutes les opérations effectuées sur un échantillon, après le transport et le stockage, pour le préparer à l'analyse, y compris la transformation de l'échantillon en une forme mesurable, si nécessaire

3.4.10**solution d'échantillon**

solution préparée au moyen du processus de mise en solution d'échantillon

NOTE Une solution d'échantillon peut nécessiter des traitements ultérieurs, par exemple une dilution, afin d'obtenir une solution d'essai prête à l'analyse.

3.4.11**solution d'essai**

solution de blanc ou solution d'échantillon ayant été soumise à toutes les opérations permettant de la préparer à l'analyse, par exemple une dilution

NOTE Si ces solutions ne sont pas soumises à des traitements ultérieurs avant analyse, la solution d'essai à blanc est la solution de blanc et la solution d'échantillon est la solution d'essai.

3.4.12**solution étalon intermédiaire**

solution préparée par dilution d'une ou de plusieurs solution(s) étalon(s) mère(s) contenant l'analyte ou les analytes étudié(s) à une ou des concentration(s) qui est ou sont mieux adaptée(s) à la préparation des solutions d'étalonnage que la (les) concentration(s) en analyte de la ou des solution(s) étalon(s) mère(s)

3.5 Termes statistiques**3.5.1****recupération analytique**

rapport entre la masse d'analyte mesurée lors de l'analyse d'un échantillon et la masse connue d'analyte dans cet échantillon, exprimé en pourcentage

3.5.2**erreur systématique****biais**

écart systématique des résultats d'un processus de mesurage par rapport à la valeur vraie de la caractéristique de la qualité de l'air elle-même

[ISO 6879 [4]]

3.5.3

incertitude globale

⟨d'une procédure de mesurage ou d'un instrument⟩ quantité utilisée pour caractériser dans son ensemble l'incertitude du résultat indiqué par un appareil ou une procédure de mesurage

NOTE Elle s'exprime, en pourcentage, par une combinaison de l'erreur systématique et de la fidélité, en général conformément à la formule suivante:

$$\frac{|\bar{x} - x_{\text{ref}}| + 2s}{x_{\text{ref}}} \times 100$$

où

\bar{x} est la valeur moyenne des résultats d'un nombre n de mesurages répétés;

x_{ref} est la valeur de référence vraie ou acceptée de la concentration;

s est l'écart-type des mesures.

[EN 482 [5]]

3.5.4

fidélité

étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus en appliquant la méthode à plusieurs reprises, dans les conditions stipulées

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6879 [4]]

3.5.5

valeur vraie

⟨d'une quantité⟩ valeur qui caractérise une grandeur parfaitement définie, dans les conditions qui existent lorsque cette grandeur est considérée

ISO 16740:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005>

NOTE La valeur vraie d'une grandeur est une notion théorique et, en général, ne peut pas être connue exactement.

[ISO 3534-1 [6]]

3.5.6

incertitude de mesure

paramètre, associé au résultat d'un mesurage, qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande

NOTE 1 Le paramètre peut être, par exemple, un écart-type (ou un multiple de celui-ci) ou la demi-largeur d'un intervalle de niveau de confiance déterminé.

NOTE 2 L'incertitude de mesure comprend en général plusieurs composantes. Certaines peuvent être évaluées à partir de la distribution statistique des résultats de séries de mesurages et peuvent être caractérisées par des écarts-types expérimentaux. Les autres composantes, qui peuvent aussi être caractérisées par des écarts-types, sont évaluées en admettant des distributions de probabilité, d'après l'expérience acquise ou d'après d'autres informations. Le *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure* (GUM)^[7] désigne ces différents cas de figure «évaluations de l'incertitude, Type A et Type B».

NOTE 3 Adapté du *Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie (VIM)*^[8].

4 Principe

Un volume défini d'air est prélevé à travers un filtre afin de recueillir le chrome hexavalent en suspension dans l'air à l'aide d'un échantillonneur conçu pour recueillir la fraction inhalable des particules en suspension dans l'air (voir 8.1.1).

Ensuite, le filtre et l'échantillon obtenu sont soumis à un traitement pour dissoudre le chrome hexavalent. Deux méthodes de préparation des échantillons sont décrites pour l'extraction des composés de chrome hexavalent solubles et insolubles, et selon le cas l'une de ces deux méthodes ou les deux méthodes sont utilisées pour préparer l'échantillon en vue de l'analyse. Les composés solubles de chrome hexavalent sont extraits avec de l'eau ou une solution de sulfate d'ammonium/d'hydroxyde d'ammonium, sans chauffer. Les composés insolubles de chrome hexavalent sont extraits avec une solution contenant de l'hydroxyde de sodium ($\rho = 20 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$) et du carbonate de sodium ($\rho = 30 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$) soit en la chauffant sur une plaque chauffante, soit par extraction aux ultrasons.

Des aliquotes des solutions d'échantillon sont analysées par chromatographie ionique afin de séparer le chrome hexavalent du chrome trivalent et d'autres cations métalliques. Le chrome hexavalent est mesuré par spectrophotométrie à 540 nm, après une dérivation postcolonne réalisée à l'aide de 1,5-diphénylcarbazide en solution acide.

Les résultats d'analyse sont obtenus à partir des graphiques de l'absorbance mesurée en fonction des concentrations de chrome hexavalent. Ils peuvent être utilisés pour évaluer l'exposition professionnelle au chrome hexavalent présent dans l'air.

Si désiré, le chrome hexavalent total peut être mesuré directement en utilisant la solution d'extraction d'hydroxyde de sodium et de carbonate de sodium.

(standards.iteh.ai)

5 Réactions

ISO 16740:2005

La dérivation postcolonne consiste à faire réagir le chrome hexavalent avec la 1,5-diphénylcarbazide pour obtenir du chrome trivalent et de la diphenylcarbazone. Ces deux composés se combinent ensuite pour former un complexe de chrome trivalent/diphénylcarbazone contenant le chromogène magenta ($\lambda_{\text{max}} = 540 \text{ nm}$). Toutefois, le processus de réaction exact n'est pas totalement expliqué.

6 Exigences

La procédure de mesurage doit être conforme à toute norme internationale, européenne ou nationale applicable spécifiant les exigences de performance pour le mesurage des agents chimiques présents dans l'air des lieux de travail (par exemple EN 482 [5]).

7 Réactifs

Lors de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique et uniquement de l'eau telle que spécifiée en 7.1.

7.1 Eau, conforme aux exigences de l'ISO 3696 de qualité 2 (conductivité électrique inférieure à $0,1 \text{ mS}\cdot\text{m}^{-1}$ et résistivité supérieure à $0,01 \text{ M}\Omega\cdot\text{m}$ à $25 \text{ }^\circ\text{C}$).

Il est recommandé d'utiliser une eau ayant été traitée dans un système de purification fournissant une eau ultra pure, de résistivité supérieure à $0,18 \text{ M}\Omega\cdot\text{m}$ (les fabricants expriment généralement cette valeur en $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$: $18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$).

7.2 **Acide sulfurique** (H_2SO_4), concentré, $\rho \approx 1,84 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$, fraction massique $\approx 98 \%$.

AVERTISSEMENT — L'acide sulfurique concentré est corrosif et provoque des brûlures. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux. Utiliser un équipement de protection individuelle (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec de l'acide sulfurique concentré ou dilué. Les fumées émises lorsque l'acide sulfurique concentré est chauffé sont irritantes. Par conséquent, tout travail avec de l'acide sulfurique doit être réalisée sous une hotte. Prendre de grandes précautions lors de la dilution d'acide sulfurique avec de l'eau car ce processus est extrêmement exothermique. Ne pas ajouter d'eau dans l'acide sulfurique car cette opération entraîne des réactions violentes. Pour préparer les mélanges d'acide sulfurique/eau, ajouter l'acide sulfurique dans l'eau.

7.3 **Acide nitrique** (HNO_3), concentré, $\rho \approx 1,42 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$, fraction massique $\approx 70 \%$.

AVERTISSEMENT — L'acide nitrique concentré est corrosif et oxydant et les fumées d'acide nitrique sont irritantes. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de fumées. Utiliser un équipement de protection individuelle (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec de l'acide nitrique concentré ou dilué. Tout travail avec de l'acide nitrique concentré doit être réalisée sous une hotte dans des récipients ouverts.

7.4 **Acide nitrique**, dilution 1 à 10

Dans une bouteille en polypropylène de 1 litre (8.2.3.1), ajouter lentement et avec précaution 50 ml d'acide nitrique concentré (7.3) dans 450 ml d'eau (7.1). Verser l'acide en petites aliquotes. Entre deux ajouts, agiter pour mélanger et passer le côté de la bouteille sous l'eau froide pour refroidir le contenu. Ne pas faire pénétrer d'eau dans la bouteille pour éviter de contaminer le contenu. Lorsque tout l'acide nitrique concentré a été ajouté, agiter la bouteille pour mélanger le contenu, laisser refroidir à la température ambiante, fermer la bouteille à l'aide du bouchon à vis et homogénéiser soigneusement.

7.5 **Sulfate d'ammonium** $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$, fraction massique du sulfate d'ammonium $> 99,5 \%$.

7.6 **Solution d'hydroxyde d'ammonium** (NH_4OH), concentrée, $\rho \approx 0,9 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$, fraction massique d'ammoniac $\approx 29 \%$ d'ammoniac (NH_3).

AVERTISSEMENT — L'hydroxyde d'ammonium concentré est irritant pour l'appareil respiratoire et provoque des brûlures. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de vapeurs. Utiliser un équipement de protection individuelle approprié (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec une solution d'hydroxyde d'ammonium concentrée. Manipuler les récipients ouverts contenant de l'hydroxyde d'ammonium concentré sous une hotte.

7.7 **Carbonate de sodium** (Na_2CO_3), anhydre, fraction massique du carbonate de sodium $> 99,9 \%$.

7.8 **Hydroxyde de sodium** (NaOH), pastilles, pureté $> 99,5 \%$.

AVERTISSEMENT — L'hydroxyde de sodium est irritant pour l'appareil respiratoire et provoque des brûlures. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de poussières. Utiliser un équipement de protection individuelle approprié (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec des pastilles d'hydroxyde de sodium ou avec une solution d'hydroxyde de sodium concentrée.

7.9 **1,5-Diphénylcarbazine** ($\text{C}_6\text{H}_5\text{-NH-NH}_2\text{CO}$), fraction massique de la 1,5-diphénylcarbazine $> 98 \%$.

7.10 **Méthanol** (CH_3OH), qualité pour chromatographie liquide à haute pression (CLHP).

7.11 **Dichromate de potassium** ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), fraction massique du dichromate de potassium $> 99,9 \%$.

7.12 Solutions d'extraction

7.12.1 Solution d'extraction concentrée pour le chrome hexavalent soluble, sulfate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$, $c = 0,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ /hydroxyde d'ammonium (NH_4OH) , $c = 0,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

Dissoudre 66 g de sulfate d'ammonium (7.5) dans environ 500 ml d'eau (7.1). Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 l (8.2.2.2), ajouter 32,5 ml d'hydroxyde d'ammonium concentré (7.6) et agiter pour mélanger. Diluer jusqu'au trait avec de l'eau, boucher et mélanger soigneusement.

7.12.2 Solution d'extraction pour le chrome hexavalent soluble, sulfate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$, $c = 0,05 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ /hydroxyde d'ammonium (NH_4OH) , $c = 0,05 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$, pH 8.

Ajouter 100 ml de solution d'extraction concentrée à base de chrome hexavalent soluble (7.12.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 litre (8.2.2.2), diluer jusqu'au trait avec de l'eau (7.1), boucher et mélanger soigneusement.

Si nécessaire, il est possible d'utiliser d'autres solutions d'extraction à pH 8, par exemple une solution de $\text{K}_2\text{HPO}_4\cdot 3 \text{ H}_2\text{O}$ ($\rho = 22,8 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$), ajustée au pH 8 à l'aide d'acide orthophosphorique^[9], sous réserve qu'il puisse être démontré que cela n'a pas d'incidence négative sur les performances de la procédure de mesurage.

7.12.3 Solution d'extraction pour le chrome hexavalent insoluble, hydroxyde de sodium ($\rho = 20 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$)/carbonate de sodium ($\rho = 30 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$).

Dissoudre 20 g d'hydroxyde de sodium en pastilles (7.8) et 30 g de carbonate de sodium (7.7) dans 250 ml d'eau (7.1), agiter pour mélanger et laisser refroidir. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 l (8.2.2.2), diluer jusqu'au trait avec de l'eau, boucher et mélanger soigneusement.

Si nécessaire, il est possible d'utiliser d'autres solutions d'extraction, par exemple une solution de carbonate de sodium ($\rho = 100 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$)/hydrogencarbonate de sodium ($\rho = 20 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$)^[10], sous réserve qu'il puisse être démontré que cela n'a pas d'incidence négative sur les performances de la procédure de mesurage.

standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c2c37e7-8b9f-4f63-9e7c-a006dd0e09ed/iso-16740-2005

7.13 Solutions d'éluant

7.13.1 Éluant concentré, sulfate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ ($c = 2,0 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$)/hydroxyde d'ammonium (NH_4OH) ($c = 1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$).

Dissoudre 264 g de sulfate d'ammonium (7.5) dans environ 500 ml d'eau (7.1). Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 l (8.2.2.2), ajouter 65 ml d'hydroxyde d'ammonium concentré (7.6) et agiter pour mélanger. Diluer jusqu'au trait avec de l'eau, boucher et mélanger soigneusement. Conserver dans une bouteille en polypropylène (8.2.3.1) pendant une durée maximale d'un an.

7.13.2 Éluant, sulfate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ ($c = 0,2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$)/hydroxyde d'ammonium (NH_4OH) ($c = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$).

Ajouter 100 ml d'éluant concentré (7.13.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 litre (8.2.2.2), diluer jusqu'au trait avec de l'eau (7.1), boucher et mélanger soigneusement.

7.14 Papiers pH, permettant de mesurer le pH des solutions d'échantillon ($\text{pH } 8 \pm 0,5$) et le pH de l'effluent du détecteur spectrophotométrique ($\text{pH } 2$ ou inférieur).

7.15 Solutions étalon de chrome hexavalent.

7.15.1 Solution étalon mère de chrome hexavalent.

a) Utiliser une solution étalon disponible dans le commerce présentant une concentration en chrome hexavalent certifiée, par exemple $\rho = 1\,000 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$, et garantissant une traçabilité aux étalons nationaux. Respecter la date d'expiration fixée par le fabricant ou la durée de conservation recommandée.

NOTE La concentration des solutions étalon disponibles dans le commerce est souvent exprimée en $\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$ de chromate (CrO_4^{2-}) plutôt qu'en $\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$ de chrome hexavalent. L'analyste doit prendre cela en compte au moment de choisir le volume de solution mère de chrome hexavalent approprié pour préparer la solution étalon intermédiaire (7.15.2).